

Garam konsumsi beryodium



© BSN 2010

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar Isi

| | |
|---|----|
| Daftar isi..... | i |
| Prakata | ii |
| 1 Ruang lingkup..... | 1 |
| 2 Istilah dan definisi | 1 |
| 3 Syarat mutu | 1 |
| 4 Pengambilan contoh | 1 |
| 5 Cara uji | 1 |
| 6 Syarat lulus uji | 2 |
| 7 Pengemasan..... | 2 |
| 8 Penandaan | 2 |
| Lampiran A (normatif) Cara pengambilan contoh garam konsumsi beryodium..... | 3 |
| Lampiran B (normatif) Cara uji garam konsumsi beryodium | 7 |



Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) Garam konsumsi beryodium ini merupakan revisi dari SNI 01-3556-2000, *Garam konsumsi beryodium*. Standar ini dirumuskan dengan tujuan sebagai berikut:

- Melindungi kesehatan konsumen;
- Menjamin perdagangan pangan yang jujur dan bertanggung jawab;
- Mendukung perkembangan dan diversifikasi produk industri garam konsumsi beryodium

Standar ini dirumuskan dengan memperhatikan hal-hal yang tertera dalam :

1. Undang-undang Republik Indonesia No.5 Tahun 1984 tentang Perindustrian.
2. Undang-undang Republik Indonesia No.23 Tahun 1992 tentang Kesehatan.
3. Undang-undang Republik Indonesia No.7 Tahun 1996 tentang Pangan.
4. Undang-undang Republik Indonesia No. 8 Tahun 1999 tentang Perlindungan Konsumen.
5. Peraturan Pemerintah No.69 Tahun 1999 tentang Label dan Iklan Pangan.
6. Peraturan Pemerintah No.28 Tahun 2004 tentang Keamanan, Mutu, dan Gizi Pangan.
7. Peraturan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia No. HK.00.05.52.0685 Tahun 2005 tentang Ketentuan Pokok Pengawasan Pangan Fungsional.
8. Keputusan Direktur Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan No. 03725/B/SK/VII/89 tentang Batas Maksimum Cemaran Logam Berat dalam Pangan atau revisinya.
9. Keputusan Kepala Badan Pengawas Obat dan Makanan Republik Indonesia No. HK.00.05.52.4040 Tahun 2006 tentang Kategori Pangan.

Standar ini dirumuskan oleh Sub Panitia Teknis 71-01-S2, Garam yang telah dibahas melalui rapat teknis, dan disepakati dalam rapat konsensus pada tanggal 12 Januari 2010 di Jakarta. Hadir dalam rapat tersebut wakil dari konsumen, produsen, lembaga pengujian, lembaga ilmu pengetahuan dan teknologi, Badan Pengawas Obat dan Makanan, dan instansi terkait lainnya. SNI ini juga telah melalui konsensus nasional yaitu jajak pendapat pada tanggal 6 April 2010 s.d 6 Juni 2010 dan langsung disetujui menjadi Rancangan Akhir SNI (RASNI) untuk ditetapkan menjadi SNI.

Garam konsumsi beryodium

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan istilah dan definisi, syarat mutu, pengambilan contoh, dan cara uji yang digunakan untuk Garam konsumsi beryodium.

2 Istilah dan definisi

Garam konsumsi beryodium adalah produk bahan makanan yang komponen utamanya natrium klorida (NaCl) dengan penambahan kalium iodat (KIO₃).

3 Syarat mutu

Syarat mutu garam konsumsi beryodium sesuai Tabel 1 di bawah ini.

Tabel 1 - Syarat mutu Garam konsumsi beryodium

| No | Jenis uji | Satuan | Persyaratan |
|--|---|--------|-------------|
| 1 | Kadar air (H ₂ O) (b/b) | % | maks. 7 |
| 2 | Kadar NaCl (natrium klorida) dihitung dari jumlah klorida (Cl ⁻) (b/b) adbk | % | min 94 |
| 3 | Bagian yang tidak larut dalam air (b/b) adbk | % | maks. 0,5 |
| 4 | Yodium dihitung sebagai kalium iodat (KIO ₃) adbk | mg/kg | min. 30 |
| 5 | Cemaran logam : | | |
| 5.1 | Kadmium (Cd) | mg/kg | maks. 0,5 |
| 5.2 | Timbal (Pb) | mg/kg | maks. 10,0 |
| 5.3 | Raksa (Hg) | mg/kg | maks. 0,1 |
| 6 | Cemaran Arsen (As) | mg/kg | maks. 0,1 |
| CATATAN 1 b/b adalah bobot/bobot | | | |
| CATATAN 2 adbk adalah atas dasar bahan kering | | | |

4 Pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai Lampiran A.

5 Cara uji

Cara uji untuk garam konsumsi beryodium seperti di bawah ini :

- Persiapan contoh sesuai Lampiran B.1
- Cara uji kadar air sesuai Lampiran B.2

- c) Cara uji kadar NaCl (natrium klorida) dihitung dari jumlah klorida (Cl^-) sesuai Lampiran B.3
- d) Cara uji kadar yodium dihitung sebagai kalium iodat (KIO_3) Lampiran B.4
- e) Cara uji kadar bagian yang tidak larut dalam air Lampiran B.5
- f) Cara uji cemaran logam sesuai lampiran B.6
 - Cara uji kadmium (Cd) dan timbal (Pb) sesuai Lampiran B.6.1
 - Cara uji raksa (Hg) sesuai Lampiran B.6.2
- g) Cara uji cemaran arsen (As) sesuai Lampiran B.7

6 Syarat lulus uji

Produk dinyatakan lulus uji apabila telah memenuhi persyaratan mutu sesuai pasal 3

7 Pengemasan

Produk garam konsumsi beryodium dikemas dalam wadah yang tertutup, tidak dipengaruhi atau mempengaruhi isi, aman selama penyimpanan dan pengangkutan sesuai ketentuan yang berlaku.

8 Penandaan

Syarat penandaan produk garam konsumsi beryodium harus diberi label. Keterangan pada label sekurang-kurangnya harus mencantumkan :

- Nama produk;
- Berat bersih;
- Kadar KIO_3 ;
- Nama dan alamat produsen;
- Nama dan alamat importir (untuk produk impor);
- Kode produksi;
- Nomor registrasi BPOM (MD).

Lampiran A (normatif) Cara pengambilan contoh garam konsumsi beryodium

A.1 Prinsip

Pengambilan contoh garam konsumsi beryodium yang dikemas dengan cara melihat banyaknya unit contoh yang cacat pada AQL (*Acceptance Quality Level*) 6,5 dan contoh diambil secara acak

A.2 Penerapan pengambilan contoh

A.2.1 Informasi yang diperlukan

Dalam menggunakan rancangan pengambilan contoh dalam A.3 diperlukan beberapa informasi sebagai berikut :

- a) Tingkat inspeksi;
- b) Ukuran lot (N);
- c) Ukuran kemasan terkecil (berat bersih dalam g); dan
- d) Ketentuan standar mengenai kualitas produk yang dikehendaki, misalnya penggolongan cacat dan jumlah cacat yang diperbolehkan dari sejumlah lot yang diperiksa

A.2.2 Inspeksi

- a) Pemilihan tingkat inspeksi berdasarkan:
Tingkat inspeksi I, digunakan untuk pengambilan contoh normal (biasa)
Tingkat inspeksi II, digunakan untuk pengambilan contoh bila terjadi sanggahan terhadap hasil pengujian menurut tingkat inspeksi I, atau bila diperlukan hasil pengujian yang lebih meyakinkan;
- b) Tentukan ukuran lot (N), misalkan jumlah kemasan terkecil garam konsumsi beryodium;
- c) Tentukan ukuran contoh (n) yang akan diambil dari suatu lot yang diinspeksi, yang didasarkan pada ukuran lot, ukuran kemasan terkecil, dan tingkat inspeksi. Penentuan ukuran contoh dapat dilihat pada A3;
- d) Ambil secara acak sejumlah ukuran contoh (n) yang ditentukan dari lot;
- e) Uji produk berdasarkan standar. Identifikasikan setiap kemasan atau unit contoh yang tidak memenuhi spesifikasi yang terdapat dalam persyaratan standar dan dinyatakan cacat berdasarkan penggolongan cacat yang terdapat dalam standar;
- f) Gunakan rancangan pengambilan contoh pada A.3; dan
- g) Nyatakan bahwa lot diterima jika cacat sama atau kurang dari jumlah cacat yang diperbolehkan (c) dan lot ditolak jika cacat melebihi jumlah cacat yang diperbolehkan (c).

A.2.3 Penerapan rancangan pengambilan contoh

A.2.3.1 Tingkat inspeksi I

Misalnya lot terdiri atas 1.200 karton yang berisi kemasan berukuran 24 x 150 g setiap kartonnya. Keputusan diambil menggunakan Tingkat Inspeksi I karena produk tersebut belum pernah diuji dan belum pernah mendapat sanggahan mengenai kualitasnya.

- | | |
|--|--|
| a) Ukuran lot (N) | : 1.200 x 24 atau 28.800 unit |
| b) Ukuran kemasan | : 150 g |
| c) Tingkat inspeksi | : I (lihat rancangan pengambilan contoh 1/A.3.1) |
| d) Jumlah contoh (n) | : 21 |
| e) Jumlah maks. cacat yang diterima(c) | : 3 |

Lot diterima apabila jumlah cacat yang ditemukan dari 21 contoh yang disampling (diambil) sama atau kurang dari 3, dan lot ditolak apabila jumlah cacat yang ditemukan dari 21 contoh yang disampling (diambil) lebih besar dari 3.

A.2.3.2 Tingkat inspeksi II

Bila hasil pengujian pertama (A.2.3.1) mendapat sanggahan, maka harus dilakukan pemeriksaan ulang terhadap lot tersebut dengan ukuran contoh yang lebih banyak sesuai dengan tingkat inspeksi II.

- | | |
|--|--|
| a) Ukuran lot (N) | : 1.200 x 24 atau 28.800 unit |
| b) Ukuran kemasan | : 150 g |
| c) Tingkat inspeksi | : II (lihat rancangan pengambilan contoh 2 /A.3.2) |
| d) Jumlah contoh (n) | : 29 |
| e) Jumlah maks. Cacat yang diterima(c) | : 4 |

Lot diterima apabila jumlah cacat yang ditemukan dari 29 contoh yang disampling (diambil) sama atau kurang dari 4, dan lot ditolak apabila jumlah cacat yang ditemukan dari 29 contoh yang disampling (diambil) lebih besar dari 4.

A.2.4 Catatan mengenai ukuran contoh

Tidak perlu membatasi ukuran contoh sebagai minimum untuk ukuran lot dan tingkat inspeksi yang tepat. Dalam semua kasus, contoh yang lebih besar dapat dipilih. Dalam contoh A.2.3.2 perkiraan yang lebih dipercaya mengenai mutu lot dapat dibuat dengan mengambil contoh sebanyak 48 atau 84 dan menggunakan jumlah ketentuan, yang diterima apabila yang cacat tidak lebih dari 6 dan 9 contoh.

A.3 Rancangan pengambilan contoh

A.3.1 Rancangan pengambilan contoh 1 (Tingkat inspeksi I, AQL = 6,5)

Tabel A.1 - Nilai N, n dan c untuk berat bersih sama atau kurang dari 1 kg

| Ukuran lot (N) | Jumlah contoh (n) | Jumlah maks. Cacat yang diterima (c) |
|--------------------|-------------------|--------------------------------------|
| 4.800 atau kurang | 6 | 1 |
| 4.801 – 24.000 | 13 | 2 |
| 24.001 – 48.000 | 21 | 3 |
| 48.001 – 84.000 | 29 | 4 |
| 84.001 – 144.000 | 48 | 6 |
| 144.001 – 240.000 | 84 | 9 |
| Lebih dari 240.000 | 126 | 13 |

Tabel A.2 - Nilai N, n dan c untuk berat bersih lebih dari 1 kg tapi tidak lebih dari 4,5 kg

| Ukuran lot (N) | Jumlah contoh (n) | Jumlah maks. Cacat yang diterima (c) |
|--------------------|-------------------|--------------------------------------|
| 2.400 atau kurang | 6 | 1 |
| 2.401 – 15.000 | 13 | 2 |
| 15.001 – 24.000 | 21 | 3 |
| 24.001 – 42.000 | 29 | 4 |
| 42.001 – 72.000 | 48 | 6 |
| 72.001 – 120.000 | 84 | 9 |
| Lebih dari 120.000 | 126 | 13 |

Tabel A.3 - Nilai N, n dan c untuk berat bersih lebih dari 4,5 kg

| Ukuran lot (N) | Jumlah contoh (n) | Jumlah maks. Cacat yang diterima (c) |
|-------------------|-------------------|--------------------------------------|
| 600 atau kurang | 6 | 1 |
| 601 – 2.000 | 13 | 2 |
| 2.001 – 7.200 | 21 | 3 |
| 7.201 – 15.000 | 29 | 4 |
| 15.001 – 24.000 | 48 | 6 |
| 24.001 – 42.000 | 84 | 9 |
| Lebih dari 42.000 | 126 | 13 |

A.3.2 Rancangan pengambilan contoh 2 (Tingkat inspeksi II, AQL = 6.5)

Tabel A.4 - Nilai N, n dan c untuk berat bersih sama atau kurang dari 1 kg

| Ukuran lot (N) | Jumlah contoh (n) | Jumlah maks. Cacat yang diterima (c) |
|-------------------|-------------------|--------------------------------------|
| 4.800 atau kurang | 13 | 2 |
| 4.801 – 24.000 | 21 | 3 |
| 24.001 – 48.000 | 29 | 4 |
| 48.001 – 84.000 | 48 | 6 |
| 84.001 – 144.000 | 84 | 9 |
| 144.001 – 240.000 | 126 | 13 |
| Lebih dari 24.000 | 200 | 19 |

Tabel A.5 - Nilai N, n dan c untuk berat bersih lebih dari 1 kg tapi tidak lebih dari 4,5 kg

| Ukuran lot (N) | Jumlah contoh (n) | Jumlah maks. Cacat yang diterima (c) |
|--------------------|-------------------|--------------------------------------|
| 2.400 atau kurang | 13 | 2 |
| 2.401 – 15.000 | 21 | 3 |
| 15.001 – 24.000 | 29 | 4 |
| 24.001 – 42.000 | 48 | 6 |
| 42.001 – 72.000 | 84 | 9 |
| 72.001 – 120.000 | 126 | 13 |
| Lebih dari 120.000 | 200 | 19 |

Tabel A.3 - Nilai N, n dan c untuk berat bersih lebih dari 4,5 kg

| Ukuran lot (N) | Jumlah contoh (n) | Jumlah maks. Cacat yang diterima (c) |
|-------------------|-------------------|--------------------------------------|
| 600 atau kurang | 13 | 2 |
| 601 – 2.000 | 21 | 3 |
| 2.001 – 7.200 | 29 | 4 |
| 7.201 – 15.000 | 48 | 6 |
| 15.001 – 24.000 | 84 | 9 |
| 24.001 – 42.000 | 126 | 13 |
| Lebih dari 42.000 | 200 | 19 |

Lampiran B
(normatif)
Cara uji garam konsumsi beryodium

B.1 Persiapan contoh

Buka kemasan garam konsumsi beryodium dan ambil contoh sebanyak 400 g dan tempatkan dalam botol contoh yang bersih dan kering.

B.2 Kadar air**B.2.1 Prinsip**

Kadar air dihitung berdasarkan bobot yang hilang selama pemanasan dalam oven pada suhu $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

B.2.2 Peralatan

- a) Oven terkalibrasi dengan ketelitian $1 ^\circ\text{C}$;
- b) Neraca analitik terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 mg;
- c) Desikator yang berisi desikan; dan
- d) Cawan petri.

B.2.3 Cara kerja

- a) Panaskan cawan petri beserta tutupnya dalam oven pada suhu $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$ selama lebih kurang satu jam dan dinginkan dalam desikator selama 20 menit sampai dengan 30 menit, kemudian timbang dengan neraca analitik (pinggan dan tutupnya) (W_0);
- b) masukkan 5 g contoh ke dalam cawan, tutup dan timbang (W_1);
- c) panaskan cawan yang berisi contoh tersebut dalam keadaan terbuka dengan meletakkan tutup cawan di samping cawan di dalam oven pada suhu $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$ selama tiga jam;
- d) tutup cawan ketika masih di dalam oven, pindahkan segera ke dalam desikator dan dinginkan selama 20 sampai dengan 30 menit kemudian timbang;
- e) lakukan pemanasan kembali selama satu jam dan ulangi kembali perubahan berat antara pemanasan selama satu jam mempunyai interval $\leq 2 \text{ mg}$ (W_2);
- f) lakukan pekerjaan duplo; dan
- g) hitung kadar air dalam contoh.

B.2.4 Perhitungan

$$\text{Kadar air} = \frac{W_1 - W_2}{W_1 - W_0} \times 100\%$$

Keterangan :

W_0 adalah bobot cawan kosong dan tutupnya, dinyatakan dalam gram (g);

W_1 adalah bobot cawan, tutupnya dan contoh sebelum dikeringkan, dinyatakan dalam gram (g);

W_2 adalah bobot cawan, tutupnya dan contoh setelah dikeringkan, dinyatakan dalam gram (g).

B.2.5 Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan maksimal 5 % dari nilai rata-rata hasil kadar air. Jika kisaran lebih besar dari 5 %, maka analisis harus diulang kembali.

B.3 Kadar natrium klorida, NaCl**B.3.1 Prinsip**

Mereaksikan seluruh ion Cl yang terdapat dalam NaCl yang terkandung dalam contoh dengan ion Ag dari larutan AgNO_3 dengan petunjuk larutan kalium kromat (K_2CrO_4)

B.3.2 Peralatan :

- a) Neraca analitik terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 mg;
- b) Buret, terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 mL ;
- c) Erlenmeyer 300 mL;
- d) Pipet 2 mL, terkalibrasi dengan ketelitian 0,001 mL ;
- e) Labu ukur 500 mL, terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 mL; dan
- f) Gelas piala

B.3.3 Pereaksi:

- a) Larutan perak nitrat AgNO_3 0,1 N;
17 g AgNO_3 dilarutkan dalam 1000 mL air suling
- b) Indikator kalium kromat, K_2CrO_4 5 %;
5 g K_2CrO_4 dilarutkan dalam 100 mL air suling
- c) Kristal magnesium oksida, MgO atau natrium bikarbonat, NaHCO_3 ; dan
- d) Asam nitrat (1:1).
Larutkan satu bagian asam nitrat pekat ke dalam satu bagian air suling.

B.3.4 Cara kerja

- a) Timbang contoh uji ± 50 g, tambahkan air suling 200 mL, aduk kemudian saring dan ditampung dalam labu 500 mL, bilas dengan air suling dan impitkan hingga tanda garis (larutan A);
- b) pipet 2 mL larutan A ke dalam Erlenmeyer 250 mL;
- c) asamkan dengan beberapa tetes asam nitrat (1 : 1) sampai larutan bereaksi asam terhadap indikator metil merah;
- d) netralkan dengan MgO atau (NaHCO_3);
- e) encerkan dengan air suling sampai 100 mL;
- f) tambahkan 1 mL larutan K_2CrO_4 ; dan
- g) titar dengan larutan AgNO_3 0,1 N sampai terbentuk warna merah bata.

B.3.5 Perhitungan

B.3.5.1 Perhitungan kadar NaCl bahan asal

$$\text{Kadar NaCl bahan asal} = \frac{V \times N \times fp \times 58,5}{W} \times 100\%$$

Keterangan:

- V adalah volume AgNO₃ yang diperlukan pada penitaran, yang dinyatakan dalam mililiter (mL);
 N adalah normalitas AgNO₃, yang dinyatakan dalam normal (N)
 fp adalah faktor pengenceran
 W adalah bobot contoh uji, yang dinyatakan dalam milligram (mg)

B.3.5.2 Perhitungan kadar NaCl atas dasar bahan kering :

$$\text{Kadar NaCl atas dasar bahan kering} = \frac{100}{100 - \text{kadar air}} \times X\%$$

Keterangan:

X adalah Kadar NaCl bahan asal

B.4 Kadar Yodium, sebagai KIO₃**B.4.1 Prinsip**

Penentuan kadar yodium berdasarkan jumlah natriumtiosulfat yang digunakan sebagai titrasi

B.4.2 Peralatan

- Neraca analitik terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 mg;
- Mikroburet 5 mL, terkalibrasi dengan ketelitian 0,01 mL;
- Erlenmeyer tutup asah 300 mL;
- Gelas ukur; dan
- Pipet .

B.4.3 Pereaksi

- Larutan baku kalium iodat, KIO₃ 0,005 N;
 3,567 g KIO₃ p a dilarutkan dengan air suling dalam labu ukur 100 mL impitkan dengan air suling hingga tanda garis. Pipet 50 mL ke dalam labu ukur 100 mL yang lain encerkan dengan air suling impitkan hingga tanda garis.
- Larutan baku natrium tio sulfat, Na₂S₂O₃ 0,005 N; dan
 25 g Na₂S₂O₃ 5H₂O dilarutkan dengan air suling dalam labu ukur 1000 mL. Pipet 50 mL ke dalam labu ukur 1000 mL yang lain. Encerkan dengan air suling impitkan hingga tanda garis.
- Standardisasi larutan Na₂S₂O₃.
 Timbang 25 g NaCl p.a, masukkan ke dalam erlenmeyer 300 mL, tambahkan 120 mL air suling, aduk sampai larut. Tambah 5 mL larutan baku KIO₃ 0,005 N dan kocok sampai homogen. Tambah 2 mL H₃PO₄ 85%, 2 mL indikator amilum 1% dan 0,1 g kristal KI. Titar dengan larutan baku Na₂S₂O₃ menggunakan mikrobiuret sampai warna biru hilang (V₁)

B.4.4 Cara kerja

- a) timbang 25 g contoh ke dalam Erlenmeyer 300 mL;
- b) larutkan dengan 125 mL air suling;
- c) tambah 2 mL H_3PO_4 85% 2 mL indikator amilum dan 0,1 g kristal KI; dan
- d) titrasi dengan larutan baku $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ menggunakan mikroburet (V_2), koreksi dilakukan terhadap 25 g NaCl p.a.

B.4.5 Perhitungan

B.4.5.1 Perhitungan kadar KIO_3 bahan asal

$$\text{Kadar } \text{KIO}_3 \text{ bahan asal} = \frac{890 \times V_2}{W \times V_1} \text{ mg/kg}$$

Keterangan:

V_1 adalah volume $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pada penitrasi larutan baku, dinyatakan dalam mililiter (mL);

V_2 adalah volume $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ pada penitrasi larutan contoh, dinyatakan dalam gram (g);

W adalah bobot contoh, dinyatakan dalam miligram (mg).

B.4.5.2 Perhitungan kadar KIO_3 atas dasar bahan kering

$$\text{Kadar } \text{KIO}_3 \text{ atas dasar bahan kering} = \frac{100}{100 - \text{kadar air}} \times X \text{ mg/kg}$$

Keterangan:

X adalah Kadar KIO_3 bahan asal

B.5 Bagian Yang Tidak Larut Dalam Air

B.5.1 Prinsip

Bagian yang tak larut dalam air dihitung berdasarkan bobot bahan yang tersisa pada kertas saring setelah dipanaskan pada suhu $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$.

B.5.2 Peralatan

- a) Oven terkalibrasi dengan ketelitian 1°C ;
- b) Neraca analitik terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 mg;
- c) Desikator yang berisikan desikan;
- d) Gelas piala;
- e) Gelas ukur;
- f) Cawan Petri; dan
- g) Kertas saring bebas abu, Whatman 40.

B.5.3 Cara Kerja

- a) Timbang 2 g contoh (W_0), masukkan ke dalam gelas piala 400 mL;
- b) tambahkan 200 mL air panas, aduk hingga larut sempurna dan dinginkan;
- c) keringkan kertas saring berikut cawan petri dalam oven pada suhu $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ selama 2 jam dinginkan dan timbang (W_2);
- d) saring larutan garam yang telah dingin dan bilas kertas saring dengan air panas hingga larutan berwarna bening (bebas klor); dan
- e) keringkan kertas saring berikut cawan petri dalam oven pada suhu $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ selama 2 jam, dinginkan dalam desikator dan timbang hingga bobot tetap (W_1).

B.5.4 Perhitungan

B.5.4.1 Perhitungan bagian yang tak larut air

$$\text{Bagian yang tak larut air} = \frac{W_1 - W_2}{W_0} \times 100\%$$

Keterangan:

W_0 adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g)

W_1 adalah bobot cawan petri + kertas saring + bagian yang larut dalam air, dinyatakan dalam gram (g)

W_2 adalah bobot cawan petri kosong + kertas saring, dinyatakan dalam gram (g)

B.5.4.2 Perhitungan bagian tak larut air atas dasar bahan kering

$$\text{Bagian yang tak larut air atas dasar bahan kering} = \frac{100}{100 - \text{kadar air}} \times X \%$$

Keterangan:

X adalah bagian yang tak larut air

B.5.5 Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan maksimal 5 % dari nilai rata-rata hasil kadar bagian yang tak larut dalam air. Jika kisaran lebih besar dari 5 %, maka analisis harus diulang kembali.

B.6 Cemarkan Logam

B.6.1 Penetapan cemarkan logam kadmium (Cd) dan timbal (Pb)

B.6.1.1 Prinsip

Sampel dilarutkan dengan aquabides dan dianalisa dengan menggunakan alat Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) dengan panjang gelombang maksimal 228,8 nm untuk Cd. Dan 283,3 nm untuk Pb.

B.6.1.2 Peralatan

- Spektrofotometer serapan atom beserta kelengkapannya (lampu Cd dan lampu Pb) terkalibrasi (sebaiknya menggunakan SSA tungku grafit);
- Pipet ukur berskala 0,05 mL atau mikro buret terkalibrasi;
- Labu ukur 10 mL, 100 mL dan 500 mL terkalibrasi;
- Pengangas air;
- Gelas ukur kapasitas 10 mL;
- Gelas piala 250 mL, 400 mL; dan
- Wadah teflon atau polyethylene

B.6.1.3 Pereaksi

- Larutan asam nitrat, HNO_3 pekat (65 %, Bj 1,4);
- Air suling yang mengalami dua kali penyulingan;

- c) Larutan baku 1000 µg/mL Cd dan Pb;
larutkan 1,000 g Cd dan begitu juga untuk standar Pb dengan 7mL HNO₃ pekat dalam gelas piala 250 mL, masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL kemudian impitkan dengan air suling hingga tanda garis. Alternatif lain, bisa digunakan larutan baku Cd dan atau Pb 1000 µg/mL siap pakai;
- d) Larutan baku 50 µg/mL Cd dan Pb; dan
pipet 5,0 mL larutan baku 1000 µg/mL Cd dan Pb ke dalam labu ukur 100 mL dan impitkan dengan air suling hingga tanda garis kemudian dikocok. Larutan baku kedua ini memiliki konsentrasi Pb dan Cd 50 µg /mL
- e) Larutan baku kerja Cd dan Pb;
pipet ke dalam labu ukur 100 mL masing-masing sebanyak 0 mL; 0,2 mL; 0,5 mL; 1 mL; 2 mL; 3 mL; dan 4 mL larutan baku 50 µg/mL kemudian tambahkan 5 mL larutan HNO₃ 1N atau HCl 6N, dan impitkan dengan air suling hingga tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0 µg/mL; 0,25 µg/mL; 0,5 µg/L; 1,0 µg/mL, 1,5 µg/L dan 2,0 µg/mL Cd dan Pb.

B.6.1.4 Cara kerja

- a) Timbang dengan teliti 10 gram contoh ke dalam gelas piala 400 mL, larutkan dengan 100 mL air suling, asamkan dengan HNO₃ pekat sampai pH <2, masukan ke dalam labu ukur 500 mL, impitkan hingga tanda garis dan kocok;
- b) siapkan larutan blanko (tanpa contoh) dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh
- c) baca absorbans larutan baku kerja dan larutan contoh terhadap blanko menggunakan SSA pada panjang gelombang maksimum sekitar 283,3 nm;
- d) buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam (µg/mL) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
- e) plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi (C); dan
- f) hitung kandungan logam dalam contoh.

B.6.1.5 Perhitungan

$$\text{Kandungan Pb dan Cd (mg / kg)} = \frac{C}{W} \times V$$

Keterangan:

- C adalah konsentrasi logam dari kurva kalibrasi, dinyatakan dalam (µg/mL);
- V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam mililiter (mL);
- W adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram

B.6.1.6 Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan deviasi (RSD) maksimal 16 %. Jika RSD lebih besar dari 16 %, maka analisis harus diulang.

B.6.2 Raksa (Hg)

B.6.2.1 Prinsip

Mereaksikan senyawa raksa (Hg) dengan NaBH_4 atau SnCl_2 dalam keadaan asam supaya terbentuk gas atomic Hg dan diikuti dengan pembacaan absorbans dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom tanpa nyala dengan panjang gelombang 253,7 nm

B.6.2.2 Peralatan

- Spektrofotometer Serapan Atom yang dilengkapi dengan lampu katoda Hg dan generator uap Hidrida (HVG);
- Erlenmeyer;
- Labu ukur 100 mL, terkalibrasi.

B.6.2.3 Perekasi

- Larutan asam nitrat, HNO_3 pekat (65%, Bj 1,4);
- Larutan kalium permanganat KMnO_4 , 5%:
larutkan 50 g KMnO_4 dalam labu ukur 1 L dengan air suling, encerkan dan impitkan hingga tanda garis
- Larutan kalium persulfat, $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ 5% :
larutkan 50 g $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ dalam labu ukur 1 L dengan air suling, encerkan dan impitkan hingga tanda garis
- Larutan Natrium klorida hidroksil-amin sulfat $(\text{NH}_2\text{OH})_2\text{H}_2\text{SO}_4$
larutkan 120 g NaCl dan 120 g $(\text{NH}_2\text{OH})_2\text{H}_2\text{SO}_4$ dalam labu ukur 1 L dengan air suling, encerkan hingga tanda garis;
- Larutan timah klorida, SnCl_2 10% dalam larutan yang mengandung HCl
larutkan 100 g SnCl_2 dengan air suling yang mengandung 12,5 mL HCl dalam labu ukur 1 L, encerkan dan impitkan hingga tanda garis
- Larutan asam sulfat, H_2SO_4 pekat
- Air suling yang telah mengalami dua kali penyulingan;
- Larutan baku raksa (Hg) 1000 mg/L
larutkan 1,3540 g HgCl_2 dengan 700 mL air suling dalam labu ukur 1L, tambahkan 1,5 mL HNO_3 pa dan encerkan hingga tanda garis
- Larutan standar raksa :
siapkan deret standar larutan raksa yang mengandung 1,0 $\mu\text{g/L}$; 2,0 $\mu\text{g/L}$; 3,0 $\mu\text{g/L}$; 4,0 $\mu\text{g/L}$ dan 5 $\mu\text{g/L}$ dengan menggunakan air suling bebas logam dan mengandung HNO_3 (1,5 mL HNO_3 / L). Larutan standar harus selalu segar.

B.6.2.4 Cara kerja

- Timbang dengan teliti 10 gram contoh ke dalam gelas piala 400 mL, larutkan dengan 100 mL air suling, asamkan dengan HNO_3 pekat sampai pH <2, masukan ke dalam labu ukur 500 mL, impitkan hingga tanda garis dan kocok;
- masukkan 10 ml tiap larutan standar raksa yang mengandung 1,0 $\mu\text{g/L}$; 2,0 $\mu\text{g/L}$; 3,0 $\mu\text{g/L}$ 4,0 $\mu\text{g/L}$ dan 5,0 $\mu\text{g/L}$ dan 10 mL air suling sebagai blanko ke dalam erlemeyer 250 mL; tambahkan 5 mL H_2SO_4 pa dan 2,5 mL HNO_3 ke dalam tiap-tiap labu;

- c) tambahkan 15 mL larutan KMnO_4 ke dalam tiap labu dan biarkan paling sedikit 15 menit;
- d) tambahkan 8 mL $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ke dalam tiap labu dan panaskan selama 2 jam dalam penangas air pada suhu 95°C ;
- e) dinginkan pada suhu ruang dan tambahkan 6 mL larutan $(\text{NH}_2\text{OH})_2\text{H}_2\text{SO}_4$ untuk mengurangi kelebihan permanganat
- f) masukkan 5 mL larutan SnCl_2 ke dalam tiap labu dan segera hubungkan labu dengan peralatan pemberi udara
- g) baca absorbansi larutan deret standar, larutan contoh dan larutan blanko dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom tanpa nyala pada panjang gelombang 253,7 nm;
- h) buat kurva kalibrasi dengan sumbu y sebagai absorbansi dan sumbu x sebagai konsentrasi (dalam ppm); dan
- i) hitung kandungan Hg dalam contoh.

B.6.2.5 Perhitungan

Kandungan logam raksa (Hg) dalam contoh dihitung dengan rumus sebagai berikut :

$$\text{Kandungan raksa } (\mu\text{g/g}) = \frac{(\mu\text{g logam/mL dari kurva kalibrasi})}{W} \times V$$

Keterangan:

V adalah volume pengenceran, dinyatakan dalam mililiter (mL)

W adalah bobot contoh, dinyatakan dalam gram (g)

B.6.2.6 Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan deviasi (RSD) maksimal 16%. Jika RSD lebih besar dari 16%, maka analisis harus diulang kembali.

B.7 Cemarkan Arsen (As)

B.7.1 Prinsip

Contoh didestruksi dengan asam menjadi larutan arsen. Larutan As^{5+} direduksi dengan KI menjadi As^{3+} dan direaksikan dengan NaBH_4 atau SnCl_2 sehingga terbentuk AsH_3 yang kemudian dibaca dengan SSA pada panjang gelombang 193,7 nm.

B.7.2 Peralatan

- a) Spektrofotometer Serapan Atom yang dilengkapi dengan lampu katoda As dan generator uap hidrida ("HVG");
- b) Neraca analitik terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 mg;
- c) Labu Kjeldahl 250 mL;
- d) Labu ukur 50 mL, 100 mL, 500 mL, dan 1000 mL, terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 mL;
- e) Pemanas listrik;
- f) Pipet volumetrik 25 mL, terkalibrasi dengan ketelitian 0,1 mL;
- g) Cawan porselen kapasitas 50 mL;
- h) Gelas ukur 25 mL;
- i) Tanur terkalibrasi dengan ketelitian 1°C ;
- j) Pipet ukur berskala 0,05 mL atau mikro buret terkalibrasi; dan
- k) Labu borosilikat berdasar bulat 50 mL.

B.7.3 Perekasi

- a) Natrium hidroksida, NaOH;
- b) Asam klorida, HCl pekat;
- c) Natrium boronhidrida, NaBH₄;
larutkan 3 g NaBH₄ dan 3 g NaOH dengan air suling hingga tanda garis dalam labu ukur 500 mL
- d) Asam klorida, HCl 8 M;
larutkan 66 mL HCl 37 % ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling hingga tanda garis.
- e) Timah (II) klorida, SnCl₂ · 2H₂O 10 %;
timbang 50 g SnCl₂ · 2 H₂O ke dalam piala gelas 200 mL dan tambahkan 100 mL HCl 37 %. Panaskan hingga larutan jernih dan dinginkan kemudian tuangkan ke dalam labu ukur 500 mL dan encerkan dengan air suling hingga tanda garis.
- f) Kalium iodida, KI 20 % ;
timbang 20 g KI ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling hingga tanda garis(larutan harus dibuat langsung sebelum digunakan).
- g) Larutan baku 1000 µg/mL As;
larutkan 1,3203 g As₂O₃ kering dengan sedikit NaOH 20 % dan netralkan dengan HCl atau HNO₃ 1:1 (1 bagian asam: 1 bagian air). Masukkan ke dalam labu ukur 1 L dan encerkan dengan air suling hingga tanda garis.
- h) Larutan baku 100 µg/mL As;
pipet 10 mL larutan baku arsen 1000 µg/mL ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling hingga tanda garis.
- i) Larutan baku 1 µg/mL As; dan
pipet 1 mL larutan standar arsen 100 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL dan encerkan dengan air suling hingga tanda garis. Larutan baku ketiga ini memiliki konsentrasi 1 µg/mL As.
- j) Larutan baku kerja As;
pipet masing-masing 1,0 mL ; 2,0 mL; 3,0 mL; 4,0 mL; dan 5,0 mL larutan baku 1 µg/mL As ke dalam labu ukur 100 mL terpisah dan encerkan dengan air suling hingga tanda garis kemudian kocok. Larutan baku kerja ini memiliki konsentrasi 0,01 µg/mL ; 0,02 µg/mL; 0,03 µg/mL; 0,04 µg/mL dan 0,05 µg/mL As.

B.7.4 Cara kerja

- a) Timbang dengan teliti 10 gram contoh ke dalam gelas piala 400 mL, larutkan dengan 100 mL air suling, asamkan dengan HNO₃ pekat sampai pH <2, masukan ke dalam labu ukur 500 mL, impitkan sampai tanda garis dan kocok;
- b) siapkan larutan blanko dengan penambahan pereaksi dan perlakuan yang sama seperti contoh;
- c) tambahkan larutan pereduksi (NaBH₄) ke dalam larutan baku kerja As, larutan contoh, dan larutan blanko pada alat "HVG";
- d) baca absorbans larutan baku kerja, larutan contoh, dan larutan blanko menggunakan SSA tanpa nyala pada panjang gelombang 193,7 nm;
- e) buat kurva kalibrasi antara konsentrasi logam (µg/mL) sebagai sumbu X dan absorbans sebagai sumbu Y;
- f) plot hasil pembacaan larutan contoh terhadap kurva kalibrasi;
- g) lakukan pengerjaan duplo; dan
- h) hitung kandungan As dalam contoh.

B.7.5 Perhitungan

$$\text{Kandungan arsen (mg / kg)} = \frac{C}{W} \times V \times fp$$

Keterangan:

C adalah konsentrasi logam dari kurva kalibrasi ,dinyatakan dalam (µg/mL);
V adalah volume larutan akhir, dinyatakan dalam mililiter (mL) ;
W adalah bobot contoh , dinyatakan dalam gram (g);
fp adalah faktor pengenceran.

B.7.6 Ketelitian

Kisaran hasil dua kali ulangan deviasi (RSD) maksimal 16%. Jika RSD lebih besar dari 16%, maka analisis harus diulang kembali.



Bibliografi

Association of Official Analytical Chemistry. 2006. *AOAC Official Method 934.01, Loss on Drying (Moisture) at 95°C-100°C for Feeds*, Chapter 4.1.03

Official Methods of Analysis of AOAC International, 18 th, edition 2005, 925.55, Salt

Official Methods of Analysis of AOAC International, 18 th, edition 2005, 925.56, Iodine in iodized Salt

Official Methods of Analysis of AOAC international, 18 th, edition 2006, 925.55. Matters insoluble in water.

Association of Official Analytical Chemistry. 2005. *AOAC Official Method 999.11, Lead, Cadmium, Copper, Iron, and Zinc*, 18th Edition, Chapter 9.1.09

Association of Official Analytical Chemistry. 2005. *AOAC Official Method 971.21 Mercury in Foods, Atomic Absorption Spectrophotometric method*, Chapter 9.2.22

Official Methods of Analysis of AOAC International, 15 th, edition 2005, 942.17, Arsenic in Food

CODEX Alimentarius Commission. 1996, *FAO/WHO Codex Alimentarius Sampling Plans for Prepackaged Food (AQL – 6.5) CAC/RM 42 – 1969*.









BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id